

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Ikeda et al.

Serial No.

Filed: September 21, 2001

For: SOFT MAGNETI FILM OF FeCoMO  
HAVING A HIGH SATURATION FLUX  
DENSITY, A MODERATE SOFT  
MAGNETISM AND A UNIAXIAL  
MAGNETIC ANISOTROPY

Art Unit:

*I hereby certify that this paper is being deposited with  
the United States Postal Service as EXPRESS MAIL in  
an envelope addressed to: Assistant Commissioner for  
Patents, Washington, D.C. 20231, on this date.*

9-21-01  
Date

*David K. Brown*  
Express Mail No. EL846162678US

CLAIM FOR PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, DC 20231

Sir:

Applicants claim foreign priority benefits under 35 U.S.C. § 119 on the  
basis of the foreign application identified below:

Japanese Patent Application No. 2001-116021, filed April 13, 2001.

A certified copy of the priority document is enclosed.

Respectfully submitted,

GREER, BURNS & CRAIN, LTD.

By

Patrick G. Burns  
Registration No. 29,367

September 21, 2001

300 South Wacker Drive  
Suite 2500  
Chicago, Illinois 60606  
Telephone: 312.360.0080  
Facsimile: 312.360.9315

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

J1002 U.S. PTO  
09/960419  
09/21/01

This is to certify that the annexed is a true copy  
of the following application as filed with this office.

Date of Application: April 13, 2001

Application Number: Japanese Patent Application  
No. 2001-116021

Applicant(s) FUJITSU LIMITED

August 17, 2001

Commissioner,  
Patent Office

Kouzo Oikawa (Seal)

Certificate No.2001-3074017

0941/5839  
312.300.0080

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 4月13日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-116021

出 願 人

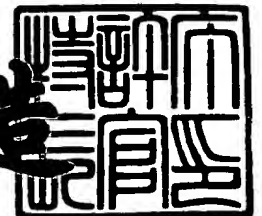
Applicant(s):

富士通株式会社

2001年 8月17日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3074017

【書類名】 特許願

【整理番号】 0052577

【提出日】 平成13年 4月13日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 H01F 10/00  
G11B 5/00

【発明の名称】 軟磁性膜及びこれを用いる記録用の磁気ヘッド

【請求項の数】 8

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

【氏名】 池田 正二

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

【氏名】 田河 育也

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

【氏名】 上原 裕二

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号 富士通株式会社内

【氏名】 大塚 善徳

【特許出願人】

【識別番号】 000005223

【氏名又は名称】 富士通株式会社

【代理人】

【識別番号】 100070150

【住所又は居所】 東京都渋谷区恵比寿4丁目20番3号 恵比寿ガーデン  
プレイスタワー32階

【弁理士】

【氏名又は名称】 伊東 忠彦

【電話番号】 03-5424-2511

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002989

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704678

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 軟磁性膜及びこれを用いる記録用の磁気ヘッド

【特許請求の範囲】

【請求項 1】  $\text{Fe}$ 、 $\text{Co}$ 、金属元素 $\text{M}$ 及び酸素 $\text{O}$ を含んで  $(\text{Fe}_{1-a}\text{Co}_a)_x\text{M}_y\text{O}_z$  の組成式を有し、

前記金属元素 $\text{M}$ は、 $\text{Al}$ 、 $\text{B}$ 、 $\text{Ga}$ 、 $\text{Si}$ 、 $\text{Ge}$ 、 $\text{Y}$ 、 $\text{Ti}$ 、 $\text{Zr}$ 、 $\text{Hf}$ 、 $\text{V}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{Ta}$ 、 $\text{Cr}$ 、 $\text{Mo}$ 、 $\text{W}$ 、 $\text{Rh}$ 、 $\text{Ru}$ 、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Pd}$  及び  $\text{Pt}$  からなる群から選択された 1 つ又はこれらよりなる合金であり、

前記組成式は、下記条件、

$$a = 0.05 \sim 0.65$$

$$y = 0.2 \sim 9 \text{ at } \%, \quad z = 1 \sim 12 \text{ at } \%, \quad \text{かつ } y + z \leq 15 \text{ at } \%,$$

$$x = (100 - y - z) \text{ at } \% \text{ を満たし、}$$

結晶組織は、結晶粒径  $50 \text{ nm}$  を越えない  $\text{bcc}$  相を主相として、該  $\text{bcc}$  相中に前記金属元素 $\text{M}$ と前記酸素 $\text{O}$ とが固溶している、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の軟磁性膜において、  
成膜したときに一軸磁気異方性を備えている、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 に記載の軟磁性膜において、  
成膜した後に  $300^\circ\text{C}$  未満の熱処理で保磁力を減少させる、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 4】 請求項 2 又は 3 に記載の軟磁性膜において、  
当該軟磁性膜が異方的な微細組織を有している、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 5】 請求項 4 に記載の軟磁性膜において、  
前記微細組織は、長径  $\text{LD}$ 、短径  $\text{SD}$  としたときに、 $\text{LD}$  が  $50 \text{ nm}$  未満、かつ  $(\text{LD}/\text{SD}) > 1$  の関係を満たす、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 6】 請求項 1 から 5 のいずれかに記載の軟磁性膜において、  
当該軟磁性膜の電気比抵抗が  $50 \mu\Omega\text{cm}$  を越えない、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 7】 請求項 1 から 6 のいずれかに記載の軟磁性膜と、該軟磁性膜

の上部及び／又は下部に異なる磁性膜を積層して複合化した、ことを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 8】 請求項 1 から 7 のいずれかに記載の軟磁性膜を記録ヘッドの磁極全体或いはギャップ近傍の磁極先端部に用いた、ことを特徴とする記録用の磁気ヘッド。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ハードディスク等の磁気記録媒体に対して、磁気記録を行うインダクティブ（誘導）型ヘッドに好適に用いることができる磁性材料に関する。特に、高飽和磁束密度を有すると共に好適な軟磁性や磁気異方性を備え、さらに熱的安定性や耐腐蝕性等の点でも優れている軟磁性膜に関する。

【0002】

【従来の技術】

磁気記録媒体の高記録密度化に伴い媒体内の磁性層の保磁力は増加している。そのため、磁気ディスク装置に用いられる記録用のインダクティブヘッドの磁性材料には記録を書込むための磁界（書込み磁界）を高めるために、高飽和磁束密度を有数することが要求される。従来からインダクティブヘッドの磁極はメッキ法で形成された  $\text{Ni}_{80}\text{Co}_{20}$ 、 $\text{Ni}_{45}\text{Fe}_{55}$  等のパーマロイが広く用いられており、その飽和磁束密度  $B_s$  は 1 ～ 1.6 T（テスラ）程度であった。

【0003】

また、特開平 10 - 9545 号公報においては、 $\text{CoNiFe}$  において飽和磁束密度  $B_s$  を 2 T 近くまで高めた磁極材料が提案されている。しかし、今後さらなる高密度記録化が確実であり、より高い飽和磁束密度  $B_s$  を有する磁極材料への要求が益々高まると予想される。

【0004】

ところで、高い飽和磁束密度  $B_s$  を有する材料として、一般に鉄コバルト（ $\text{Fe-Co}$ ）系の合金が知られているが、2 T を越えるような高い飽和磁束密度  $B_s$  となる組成領域では軟磁性を得ることが極めて困難となる。例えば、特開平 1

1-121232号公報においては、種々の金属元素Mと酸素Oとから主に構成されるアモルファス相に、Coと他の強磁性3d遷移金属(Fe、Ni)からなる微結晶相が混在した状態において軟磁性を得る技術が開示されている。

【0005】

この軟磁性を得る技術では、ある程度のアモルファス相を生成するために、20at%以上の非磁性元素(上記金属元素Mと酸素O)を添加することが必要であることが示されている。ところが、2T以上の高い飽和磁束密度Bsを得るためには、その逆に非磁性の添加物はできるだけ抑制しなければならない。

【0006】

よって、2T以上の高い飽和磁束密度Bsを有する軟磁性材料を得ることは極めて困難である。

【0007】

また、特開平9-115729号公報においては、セラミック相と強磁性超微結晶相からなる軟磁性材料が報告されている。しかし、この場合にも磁気モーメントの小さなセラミック相を有しているために高い飽和磁束密度Bsを得ることは困難である。

【0008】

さらに、日本応用磁気学会誌、Vol.24(2000)P.691では、成膜中での磁場印加により製作されたFe-Co-Al-O膜に関して論じられている。これによると、アルミニウムAl及び酸素Oのそれぞれを10at%及び12at%に制限した非磁性元素の希薄となる組成領域においては異方性磁界Hkがゼロとなり、一軸磁気異方性が得られ難くなることが示されている。

【0009】

またさらに、特開平10-270246号公報においては、異方性磁界Hk>200e、比抵抗 $\rho > 50 \mu\Omega\text{cm}$ 、飽和磁束密度Bs>1.6Tを有する軟磁性膜に関して報告がされている。しかし、比抵抗を $50 \mu\Omega\text{cm}$ 以上に高めるためには磁性元素以外の非磁性元素の含有量を増加させる必要がある。よって、前述したように飽和磁束密度Bsが減少してしまい、2Tを越えるような高い飽和磁束密度Bsを得ることは困難となる。さらに適度な異方性磁界Hkも得られな



くなる。

【0 0 1 0】

【発明が解決しようとする課題】

前述したように高い飽和磁束密度  $B_s$  備えると共に高い比抵抗を有し、しかも適度な軟磁性や異方性磁界  $H_k$  を備えた軟磁性膜を形成することは極めて困難である。

【0 0 1 1】

ところで、このように厳しい条件が軟磁性膜に課されるのは、記録用の磁気ヘッドに対する厳しい条件を反映したものである。すなわち、磁気ディスク装置の高密度記録化に伴い、記録用の磁気ヘッドには上記のような磁気特性が要求されるからである。

【0 0 1 2】

上記のように軟磁性膜に高い飽和磁束密度  $B_s$  を有することが求められるのは、高密度記録に対応して磁気記録媒体への書込み磁界を強化するためである。

【0 0 1 3】

また、この軟磁性膜はコイルにより発生させた書込み磁界を記録媒体側へ導く磁路となる磁気ヨークとして構成される場合が多い。この磁気ヨークには高い比抵抗が求められる。よって、軟磁性膜にも更なる条件として、高い比抵抗を有することが要求されるのである。

【0 0 1 4】

しかし、近年の著しい記録密度の増加に伴い、磁極となるヨーク先端部の幅はサブミクロンとなってきており、このような形状では磁極先端幅が表皮厚さ以下となり渦電流による損失も無視できる程度となる。そのため、ヨーク先端部では比抵抗をさほど高くする必要がなく、むしろ飽和磁束密度  $B_s$  を大きくすることを優先すべきである。

【0 0 1 5】

なお、このように磁極先端部での比抵抗が低くなっても、ヨーク全体として高い比抵抗を確保できるように設計変更して対応できる。

【0 0 1 6】

さらに、記録用のインダクティブヘッドに読取り用の再生ヘッドを並設した複合型で形成される場合も多い。この複合型磁気ヘッドで用いる記録用の軟磁性膜については、上述した条件に加え、さらに製造工程での熱処理での温度の影響についても考慮することが必要となる。

## 【 0 0 1 7 】

すなわち、インダクティブヘッド用の軟磁性膜を成膜するときに、再生ヘッドに用いられる磁気抵抗素子の特性を劣化させないことに配慮する必要がある。一般に、インダクティブヘッド用の軟磁性膜を成膜するときに、300℃を越えるような温度で熱処理を行うと、再生ヘッドの磁気抵抗素子が劣化するとの指摘がある。

## 【 0 0 1 8 】

そのために、インダクティブヘッド用の軟磁性膜は、その成膜直後から軟磁性を備え300℃程度までは熱的に安定である、或いは300℃以下の熱処理で軟磁性が改善されるような磁気特性を有していることが望ましい。

## 【 0 0 1 9 】

よって、例えば特開平5-148595号公報においては、軟磁性膜の軟磁性を改善するために500～700℃の熱処理を行っており、GMRのリード（再生）ヘッドと複合化されたライト（インダクティブ）ヘッドの磁極材料としては記録読込み特性を劣化させてしまうので不適當である。

## 【 0 0 2 0 】

なお、ここで使用している薄膜材料は、前述した特開平11-121232号公報のものと類似の元素から構成されており、強磁性微結晶相とそれを取り囲むアモルファス相から結晶組織を構成していると類推される。このように500～700℃の高温で軟磁性を改善しようとするのは、強磁性微結晶相とアモルファス相とからなる準安定相にこの温度に対応する活性化エネルギーを加えないと構造緩和・相変化しないためと考えられる。

## 【 0 0 2 1 】

以上、説明したところから明らかなようにインダクティブヘッドに用いる軟磁性膜には相反するような多くの要求があり、これに対応するのは極めて困難であ

る。

#### 【0022】

本発明は上記のような従来の状況を鑑みてなされたものであり、高い飽和磁束密度  $B_s$  を備え、かつ成膜直後或いは低い熱処理後の状態において好ましい軟磁気特性を示す軟磁性材料を提供することを主な目的とする。

#### 【0023】

##### 【課題を解決するための手段】

上記目的は請求項1に記載の如く、

$Fe$ 、 $Co$ 、金属元素 $M$ 及び酸素 $O$ を含んで  $(Fe_{1-a}Co_a)_xM_yO_z$  の組成式を有し、

前記金属元素 $M$ は、 $Al$ 、 $B$ 、 $Ga$ 、 $Si$ 、 $Ge$ 、 $Y$ 、 $Ti$ 、 $Zr$ 、 $Hf$ 、 $V$ 、 $Nb$ 、 $Ta$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $W$ 、 $Rh$ 、 $Ru$ 、 $Ni$ 、 $Pd$  及び  $Pt$  からなる群から選択された1つ又はこれらよりなる合金であり、

前記組成式は、下記条件、

$$a = 0.05 \sim 0.65$$

$$y = 0.2 \sim 9 \text{ at } \%, \quad z = 1 \sim 12 \text{ at } \%, \quad \text{かつ } y + z \leq 15 \text{ at } \%,$$

$$x = (100 - y - z) \text{ at } \% \text{ を満たし、}$$

結晶組織は、結晶粒径  $50 \text{ nm}$  を越えない  $bcc$  相を主相として、該  $bcc$  相中に前記金属元素 $M$ と前記酸素 $O$ とが固溶している軟磁性膜、により達成される。

#### 【0024】

本軟磁性膜は、 $FeCo$  を主成分とし、金属元素 $M$ と $O$ を含有する非磁性元素で構成され、この非磁性元素量を  $15 \text{ at } \%$  以下とし上記の条件を満たすように形成すると  $2.1 \text{ T}$  を越えるような高い飽和磁束密度  $B_s$  を有するので、インダクティブヘッドの書き込み磁界を形成するための好ましい軟磁性膜となる。

#### 【0025】

そして、請求項2に記載の如く、請求項1に記載の軟磁性膜において、成膜したときに一軸磁気異方性を備えている、構成とすることができ、また、請求項3に記載の如く、請求項1又は2に記載の軟磁性膜において、成膜した後に  $300$

℃未満の熱処理で保磁力を減少させる性質を有した構成とすることもできる。

【0026】

本軟磁性膜は、好ましい異方性磁界  $H_k$  を有する状態に形成することが可能であり、また成膜直後或いは 300℃以下の熱処理を受けても熱的に安定であり、好ましい態様として熱処理を受けると保磁力が低減して軟磁性が改善される。本軟磁性膜は、耐腐蝕性の点からも優れている。

【0027】

また、請求項4に記載の如く、請求項2又は3に記載の軟磁性膜において、当該軟磁性膜が異方的な微細組織を有している、構成とすることもできる。

【0028】

また、請求項5に記載の如く、請求項4に記載の軟磁性膜において、前記微細組織は、長径  $LD$ 、短径  $SD$  としたときに、 $LD$  が 50 nm 未満、かつ  $(LD/SD) > 1$  の関係を満たす構成として特定できる。

【0029】

本軟磁性膜は成膜から一軸磁気異方性を備えて形成させることが可能であり、そのために異方的な微細組織を有する。

【0030】

また、請求項6に記載の如く、請求項1から5のいずれかに記載の軟磁性膜において、当該軟磁性膜の電気比抵抗が  $50 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  を越えないという特徴を備えていてもよい。

【0031】

本軟磁性膜は、従来にない高い飽和磁束密度  $B_s$  を示すが電気比抵抗が  $50 \mu\Omega \cdot \text{cm}$  以下となることを許容する。この点において、比抵抗を得るために飽和磁束密度  $B_s$  の低下が生じていた従来の軟磁性膜とは異なる。

【0032】

また、請求項7に記載の如く、請求項1から6のいずれかに記載の軟磁性膜と、該軟磁性膜の上部及び／又は下部に異なる磁性膜を積層して複合化した複合膜としてもよい。

【0033】

本軟磁性層膜は、単層で用いる場合だけでなく、その上下の少なくとも一方で異種の磁性膜を配置し、好ましい複合型の軟磁性層とすることもできる。

## 【0034】

さらに、請求項8に記載の如く、請求項1から7のいずれかに記載の軟磁性膜を記録ヘッドの磁極全体或いはギャップ近傍の磁極先端部に用いて記録用の磁気ヘッドを構成すれば、磁気記録媒体に対し高密度で磁気情報を記録することができる。すなわち、磁気ヨークの先端に副磁極を設けるような場合には、その全体を上記軟磁性膜で形成してもよいし、そのギャップ近傍の磁極先端部を上記軟磁性膜で形成してもよい。

## 【0035】

## 【発明の実施の形態】

以下、図面を参照しながら本発明をより詳細に説明する。

## 【0036】

本発明の軟磁性膜は、鉄Fe、コバルトCo、金属元素M及び酸素Oから構成され、 $(\text{Fe}_{1-a}\text{Co}_a)_x\text{M}_y\text{O}_z$ の組成式で示される。

## 【0037】

前記金属元素Mは、Al、B、Ga、Si、Ge、Y、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Rh、Ru、Ni、Pd及びPtからなる群から選択された1つ又はこれらよりなる合金とすることができる。

## 【0038】

上記組成式中のa及びx、y、zは下記のような範囲にある。

## 【0039】

$$a = 0.05 \sim 0.65$$

$$y = 0.2 \sim 9 \text{ at } \%, \quad z = 1 \sim 12 \text{ at } \%, \quad \text{かつ } y + z \leq 15 \text{ at } \%$$

$$x = (100 - y - z) \text{ at } \%$$

このように特定される軟磁性膜は、その結晶組織において結晶粒径50nmを越えないbcc相を主相として、該bcc相中に前記金属元素Mと前記酸素Oとが固溶している状態に形成される。

## 【0040】

そして、この軟磁性膜は2.1 Tを越えるような高い飽和磁束密度 $B_s$ を有するという優れた特質を有すると共に、後述するようにインダクティブヘッドに用いる軟磁性膜として好適は磁気特性をも備える。

## 【0041】

まず、本発明の軟磁性膜が上記組成式で特定されることの根拠を示す。

## 【0042】

本願発明者等の研究により、主骨格の $Fe_{1-a}Co_a$ で、 $a=0.05\sim0.65$ の範囲外となると $FeCo$ の2元合金の飽和磁束密度 $B_s$ が2.1 T以下となった。また、これに $M-O$ の添加量を15 at %以上とすると、比抵抗 $\rho$ は $50\mu\Omega\text{cm}$ 以上の値となるが飽和磁束密度 $B_s$ はさらに低下する。金属元素 $M$ の添加量の限界は9 at %であり、酸素 $O$ の添加量の限界は12 at %である。

## 【0043】

また、金属元素 $M$ の量が0.2 at %未満、酸素 $O$ の量が1 at %未満となると、磁気異方性の制御が困難となり、耐腐蝕性にも影響が出ることが確認された。

## 【0044】

以下、さらに本発明の軟磁性膜として金属元素 $M$ として $Al$ を用いた場合の実施例を示して、その特徴を明らかにする。

## 【0045】

実施例の軟磁性膜は、 $Fe_{0.8}Co_{0.2}$ 粉末(at %)と、 $M-O$ として $Al_2O_3$ 粉末とを焼結成形した合金ターゲットを用い、アルゴンガス( $Ar$ )のみの導入により、図1に示すような公転成膜を行うRFマグネトロンスパッタ装置により成膜した。合金ターゲット中の $Al_2O_3$ 組成は1~10 at %で調整した。投入電源は $3\sim9\text{w}/\text{cm}^2$ とし、スパッタ時の圧力は $0.2\sim0.9\text{Pa}$ 、アルゴンガス流量は $50\text{sccm}$ とした。

## 【0046】

図1のRFマグネトロンスパッタ装置では、基板1が公転しながらシールド3に設けられた開孔4の下を周期的に通過する。その際にターゲット2から叩き出された材料が基板1上に薄膜状に形成される。

## 【0047】

上記FeCo磁性粉末についてはCo原子比aを $a = 0.05 \sim 0.65$ まで変化させた場合についてほぼ同様の結果が得られることを確認した。また、もう1つのターゲット $Al_2O_3$ について、これ以外の前述したAl以外の酸素Oとの金属酸化物(M-O)と焼結成形させた合金を用いた場合についてもほぼ同様の結果が得られることを確認している。

## 【0048】

さらに、FeCoM合金ターゲットを $Ar + O_2$ 混合ガス中で反応性スパッタとした場合、FeCo合金ターゲット上に酸化物チップを配置した複合ターゲットを用いた場合についてもほぼ同様の結果を得ることができる。

## 【0049】

次に、水冷基板上に成膜させた場合の本軟磁性(FeCoAlO)膜について下記に示す。

## 【0050】

ここで、磁気特性の測定には振動試料型磁力計(VSM: Digital Measurement systems; Model 1660)並びにB-Hループトレサ(shb B-H curve tracer 109)を使用し、電気抵抗は直流四端子法により測定した。

## 【0051】

構造解析はCu-K $\alpha$ 線を用いてX線回析XRD(理学電機 RINT-1000)により行った。成分分析は、エネルギー分散型X線装置(EDS: oxford 社製)及び電子プローブマイクロアナライザ(EPMA: 日本電子JXA-6900)により行った。膜の結晶組成は透過型電子顕微鏡(TEM: 日本電子 JEM-2000EX)を用いて観察した。また、粒子内及び粒界の組成の定性分析にはエネルギー分散X線分析EDSを用い、このときの電子ビーム径は約3nm $\phi$ である。

## 【0052】

図2は、本軟磁性膜( $(Fe_{1-a}Co_a)_xAl_yO_z$  ( $a = 0.2$ ,  $x = 100 - y - z$ ))における飽和磁束密度Bsと(A1+O)含有量MXとの関係について示した図である。この図2よりに飽和磁束密度Bsの(A1+O)含有量MXに対する依存性が確認できる。但し、MXは上記組成式における(y +

z) である。

【0053】

図2に示すように、飽和磁束密度 $B_s$ は(A1+O)含有量MXが15at%を越えると2.1T以下となってしまう。よって、軟磁性膜中での(A1+O)含有量MXは15at%を越えないように形成することが必要であることが確認できる。

【0054】

また、図3は上記軟磁性膜における比抵抗 $\rho$ と(A1+O)含有量MXとの関係について示した図である。この図3により比抵抗 $\rho$ の(A1+O)含有量MXに対する依存性を確認することができる。

【0055】

図3に示すように、比抵抗 $\rho$ は(A1+O)含有量MXが15at%より低いと $50\mu\Omega\text{cm}$ より低い値を取るようになる。本軟磁性膜は従来の軟磁性膜のように高抵抗を得ることを目的に設計しておらず、高い飽和磁束密度 $B_s$ を得ることを優先としている。よって、比抵抗 $\rho$ が $50\mu\Omega\text{cm}$ 未満となることを許容する。

【0056】

ところで、A1の添加は、酸素Oの添加よりも飽和磁束密度 $B_s$ を低下させる傾向が強い。よって、A1と酸素Oの最大添加量は異なり、各々9at%、12at%程度とすることが好ましい。

【0057】

さらに、図4は上記軟磁性膜について磁化容易軸方向で測定した保磁力 $H_{ce}$ と、(A1+O)含有量MXとの関係を示している。

【0058】

図4によると、A1と酸素Oが無添加である膜とした場合においては、保磁力 $H_{ce}=600\text{e}$ 程度と大きな値となる。しかし、A1と酸素Oを添加すると $H_{ce}=100\text{e}$ 程度まで低減される。

【0059】

よって、A1と酸素Oの添加が本軟磁性膜の軟磁性を改善することに寄与して



いることが確認できる。

#### 【0060】

本発明者等による検討によると、本軟磁性膜において軟磁性の改善を得るために必要なAlと酸素Oの添加量は、各々0.2at%、1at%程度である。

#### 【0061】

つぎに、図5は本軟磁性膜を成膜した直後、及び220℃で熱処理した後の $\text{Fe}_{77.7}\text{Co}_{19.5}\text{Al}_{0.6}\text{O}_{2.2}$ の組成を有する軟磁性膜を試作して、磁化困難軸方向と磁化容易軸方向で測定された磁化曲線を示した図である。

#### 【0062】

図5(A)は成膜直後の場合、図5(B)は220℃で熱処理した場合を示している。また、各図において磁化困難軸方向の場合をHA、磁化容易軸方向の場合をEAで示している。

#### 【0063】

図5により、本軟磁性膜は300℃未満の熱処理により軟磁性が改善されることが確認できる。磁化容易軸方向EAの場合には保磁力 $H_{ce}$ が約150eから約70eに減少している。磁化容易軸方向HAの場合についても保磁力 $H_{ch}$ が約40eから約1.30eに減少している。なお、異方性磁界 $H_k$ は500eから400eとなった。

#### 【0064】

そして、飽和磁束密度Bsに関しては成膜時が図5(A)に示すように2.32Tであり、熱処理後は図5(B)に示すように2.35Tとなった。よって、熱処理を受けても飽和磁束密度Bsは維持或いは若干増加するが殆ど変化がない。

#### 【0065】

本軟磁性膜に対して約300℃までの熱処理を行ったところ同様の結果を得た。すなわち、本軟磁性膜は300℃までの熱的安定性を有していることを確認できる。

#### 【0066】

本実施例で示す軟磁性膜は単層で用いることも有効であるが、さらに他の磁性

材料と組合せて用いることも勿論可能である。さらに、他の磁性膜と積層して複合膜構造とした場合について説明する。

【0067】

図6は、本軟磁性膜を単層とした場合と、この軟磁性膜を含む積層膜とした場合について、磁化容易軸方向での保磁力 $H_{ce}$ を比較して示した図である。

【0068】

図6において、上から順に、①及び②は単層の軟磁性膜について示している。①の単層軟磁性膜は前記図5の(A)、②の単層軟磁性膜は前記図5の(B)に対応したものである。

【0069】

③は本軟磁性膜の上部にパーマロイNiFeをメッキして積層膜とした場合である。この③については成膜直後及び220℃で熱処理後した場合の各々について示している。

【0070】

④は本軟磁性膜の下部に、スパッタリング等で形成したパーマロイNiFeを用い積層膜とした場合、⑤は④に対してパーマロイNiFeの組成を変更した場合、さらに⑥は本軟磁性膜の上部及び下部にパーマロイNiFeを設けた場合である。

【0071】

図6に示すように、パーマロイNiFe膜を本軟磁性膜の上部又は下部、或いは上下部の双方に配置した複合膜では保磁力 $H_{ce}$ の減少が得られ、軟磁性を改善できることが確認できる。

【0072】

さらに、単層について示した①と②の場合と同様に、③のように積層した場合でも300℃未満の低温での熱処理で軟磁性がさらに改善することも分かる。

【0073】

ここで用いたパーマロイの他、例えばCoZrNb、CoNiFe、FeAlSi、CoFeB、FeAlO等の軟磁性膜を用いても同様に軟磁性を改善することができる。

## 【0074】

このような軟磁性の改善は下地層に依存した本軟磁性膜 ( $\text{FeCoAlO}$ ) の結晶配向性の変化や、異種磁性層間の磁氣的相互作用によること等が要因として考えられる。結晶配向性の観点からは下地層に  $\text{Ti}$ 、 $\text{Ta}$ 、 $\text{Cr}$  等を用いた場合にも同様に軟磁性の改善が確認できた。

## 【0075】

図7は、0.01Nの $\text{KCl}$ 溶液を用いたアノード分極曲線を示しており、 $\text{Fe}_{80}\text{Co}_{20}$ の2元合金の自然電位  $R_P = -270 \text{ mV vs SEC}$ 、孔食電位  $P_P = 0 \text{ mV vs SEC}$  付近であるのに対し、本軟磁性膜 ( $\text{Fe}_{77.7}\text{Co}_{19.5}\text{Al}_{0.6}\text{O}_{2.2}$ ) の場合には自然電位  $R_P = -60 \text{ mV vs SEC}$ 、孔食電位  $P_P = \pm 400 \text{ mV vs SEC}$  程度となり良好な耐腐蝕性が示されている。

## 【0076】

なお、図7中には、例えば特開平10-9545号公報等の開示され従来においては比較的耐腐蝕性が高いとされる  $\text{CoNiFe}$  メッキ膜についてのアノード分極曲線を示している。しかし、この膜よりも本軟磁性膜が耐食性に優れていることが確認できる。

## 【0077】

さらに、図8には上記実施例の軟磁性膜 ( $\text{Fe}_{77.7}\text{Co}_{19.5}\text{Al}_{0.6}\text{O}_{2.2}$ ) のTEM像を示した。結晶粒径は約50nm以下となっており、X線回析の結果ではbcc相に対応する回析ピークが観測された。

## 【0078】

また、図9はこの軟磁性膜の結晶相と粒界の組成を電子ビーム径3nmφにおいてEDSにより測定した組成分析結果である。図9(A)は粒内について、図9(B)は粒界について示している。これらの図から明らかなように結晶粒内においてもAlと酸素Oに対応するピークが検出され、結晶相内にもAlと酸素Oが固溶していることが確認できる。このような結晶相へのAl及び酸素Oの固溶状態が $\text{FeCo}$ による2元合金よりも自然電位  $R_P$  を高めるように影響していると推測できる。

## 【0079】

さらに、図10は磁場を印加せずに成膜した本軟磁性膜を拡大して示したTEM像である。この図から結晶粒は異方的な結晶形状（長径LD／短径SD＞1）を有しており、かつその結晶粒の長径LD方向が紙面幅に沿って平均に配向した異方的な微結晶組織を有していることが確認できる。なお、本軟磁性膜では長径LDは50nm以下である。

## 【0080】

図11は本軟磁性膜の応力 $\sigma$ 及び異方性磁界 $H_k$ を示したものであり、応力はスパッタリング時の圧力に強く依存している。また、圧力低下に対応して異方性磁界 $H_k$ は相対的に減少することが分かる。このことから、応力に伴う磁気弾性が磁気異方性の一要因として考えられる。

## 【0081】

しかしながら、これらの膜の磁歪定数は $30 \times 10^{-6}$ 程度でほぼ一定値を示しており、磁気弾性に伴う異方性エネルギーを $3/2 \lambda \sigma$ と仮定し、 $\sigma = 0$ へ外挿しても異方性磁界 $H_k$ はゼロとはならない。よって、磁気弾性効果に伴う磁気異方性のみでは本軟磁性膜（FeCoAlO）の一軸磁気異方性は説明できない。

## 【0082】

したがって、異方的な結晶粒及び結晶組織に直接的或いは応力を通じて間接的に膜中に一軸磁気異方性が付与されているものと推定される。このような推定はTEM画像による結果とも矛盾しない。

## 【0083】

よって、本軟磁性膜は成膜時から異方的な微細組織を有している。この異方的な結晶粒及び結晶組織に直接的或いは応力による磁気弾性効果を通じて間接的に一軸磁気異方性が成膜時から付与されていると推定できる。

## 【0084】

以上で詳述したように、本発明の軟磁性膜は極めて高い飽和磁束密度 $B_s$ と適度な異方性磁界 $H_k$ を備えると共に、好ましい軟磁性を示す。また、この軟磁性は再生ヘッドの劣化を招くことのない300℃越えない低温での熱処理により改

善される。よって、インダクティブヘッドのギャップ端部で磁極用の磁性膜として用いる等の用途において極めて有用な軟磁性膜となる。

【 0 0 8 5 】

図 1 2 は、記録用のインダクティブヘッド 1 0 の概要を示す図である。このインダクティブヘッド 1 0 では、コイル 1 1 に発生させた書込み磁界が磁気ヨーク 1 2 を介して外部の磁気記録媒体 2 0 に磁気情報を書込む。このようなヘッド 1 0 の書き込みギャップ部、即ち磁気ヨーク 1 2 の端部磁極 1 5 に本軟磁性膜を用いることで強い書込み磁界を形成することができる。

【 0 0 8 6 】

よって、高密度の記録媒体 2 0 に対応した高密度での記録が可能となる。なお、図 1 2 で磁気ヨーク 1 2 の先端部分を拡大して示したように、下部ヨーク 1 2 - 1、下部磁極 1 5 - 1、ギャップ層 2 5、上部磁極 1 5 - 2 及び上部ヨーク 1 2 - 2 が積層されている。

【 0 0 8 7 】

また、図 1 2 に示したヘッド 1 0 は記録部のみが示されているが、これに接して再生ヘッドを並設すれば複合型の磁気ヘッドとすることができるのは言うまでもない。

【 0 0 8 8 】

また、上記のように記録用の磁気ヘッドの磁極端部に用いる軟磁性膜は、単層でもよいし、前述したような積層膜でもよい。そして、このヘッド 1 0 はヨーク全体として所定の比抵抗が得られるように設計されているので、端部の磁極として比抵抗の小さい軟磁性膜を用いることによる不都合は生じない。

【 0 0 8 9 】

上記ヘッド 1 0 は、薄膜形成技術並びに微細加工技術を利用して、スパッタリング法等で所望の膜を成膜し、レジストを用いて所定の形状にパターニングし、不要部をリフトオフ、エッチング、ミリング等により除去することで図 1 2 に示すような形状とすることができる。

【 0 0 9 0 】

図 1 3 ～図 1 5 は上記インダクティブヘッド 1 0 の製造工程の一部としてヨー

ク先端部を形成する工程例について示した図である。

【0091】

図13 (A) ~ (D) では、 $Al_2O_3$  等の基板20上にNiFe, CoNiFe等をメッキして下部用のヨーク12-1が形成され、この上に下部用の磁極15-1として本軟磁性膜 (FeCoMO) がスパッタリングにより成膜される。この上に例えば $Al_2O_3$  のギャップ層25が成膜され、さらにその上に上部用の磁極15-2として本軟磁性膜 (FeCoMO) がスパッタリングにより成膜される。

【0092】

図14 (E)、(F) ではレジスト27を用いて所定形状にパター形成した後、NiFe, CoNiFe等をメッキして上部用のヨーク12-2が形成される。

【0093】

図15 (G) 及び (H) で、レジスト除去、エッチングにより不要部を除去することにより、ヨーク12の先端部に磁極15-1及び15-2を軟磁性膜で形成した図12に示すようなヘッド10を得ることができる。

【0094】

以上本発明の好ましい実施例について詳述したが、本発明は係る特定の実施形態に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載された本発明の要旨の範囲内において、種々の変形・変更が可能である。

【0095】

【発明の効果】

以上詳述したところから明らかなように、本発明による軟磁性は2.1Tを超えるような高い飽和磁束密度 $B_s$ を有するので、インダクティブヘッドの書込み磁界を形成するための好ましい軟磁性膜となる。

【0096】

また、この軟磁性膜は好適な軟磁性や磁気異方性を備え、さらに熱的安定性や耐腐蝕性等の点でも優れている。さらに、300℃未満の低温で熱処理を受けると軟磁性が改善される。よって、再生ヘッドと複合させた複合型磁気ヘッドに採

用する軟磁性膜として好適である。

【 0 0 9 7 】

この軟磁性膜を磁極先端部に用いて記録ヘッドを構成すれば、磁気記録媒体に対し高密度で磁気情報を記録することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

公転成膜を行う R F マグネトロンスパッタ装置の例を示した図である。

【図 2】

実施例の軟磁性膜における飽和磁束密度  $B_s$  と (A l + O) 含有量 M X との関係について示した図である。

【図 3】

実施例の軟磁性膜における比抵抗  $\rho$  と (A l + O) 含有量 M X との関係について示した図である。

【図 4】

実施例の磁性膜について磁化容易軸方向で測定した保磁力  $H_{ce}$  と、(A l + O) 含有量 M X との関係を示した図である。

【図 5】

成膜した直後及び熱処理した後の軟磁性膜について、磁化困難軸方向と磁化容易軸方向で測定された磁化曲線を示した図である。

【図 6】

軟磁性膜を単層とした場合と、軟磁性膜を含む積層膜とした場合について、磁化容易軸方向での保磁力  $H_{ce}$  を比較して示した図である。

【図 7】

軟磁性膜の耐腐蝕性について示した図である。

【図 8】

軟磁性膜の T E M 像を示した図である。

【図 9】

軟磁性膜の結晶相と粒界の組成を E D S により測定した組成分析結果について示した図である。

【図 1 0】

磁場を印加せずに成膜した軟磁性膜を拡大した T E M 像を示した図である。

【図 1 1】

軟磁性膜の応力  $\sigma$  及び異方性磁界  $H_k$  について示した図である。

【図 1 2】

記録用のインダクティブヘッドの概要を示した図である。

【図 1 3】

インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 1）である。

【図 1 4】

インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 2）である。

【図 1 5】

インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 3）である。

【符号の説明】

- 1 0      インダクティブヘッド
- 1 2      ヨーク
- 1 5      磁極（軟磁性膜）
- 2 0      磁気記録媒体

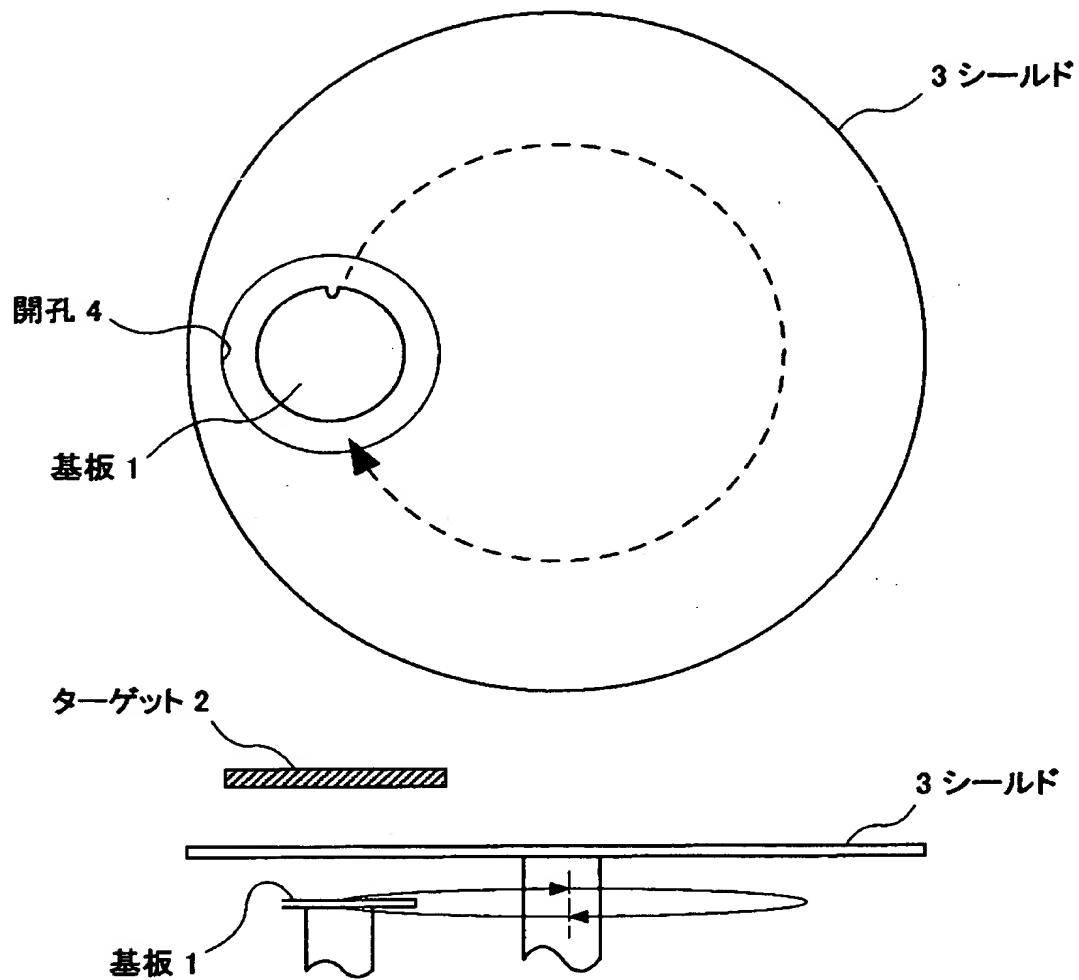


【書類名】

図面

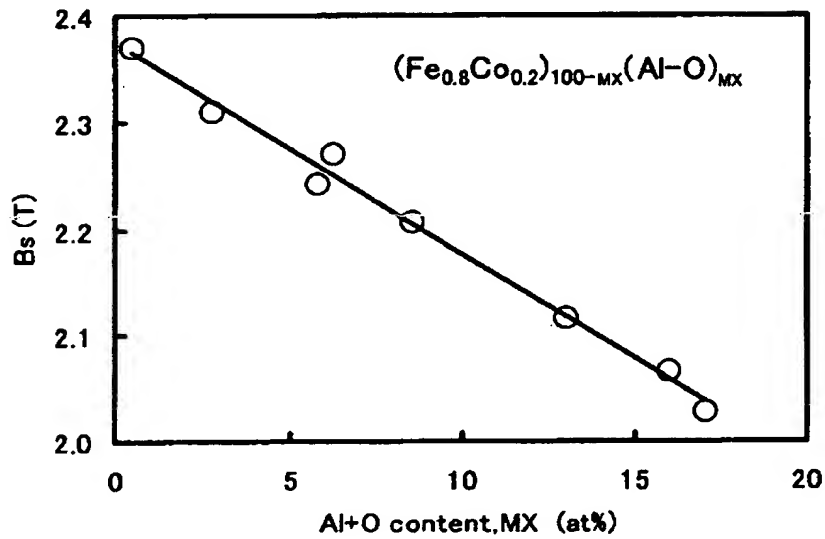
【図 1】

公転成膜を行うRFマグネトロンスパッタ装置の例を示した図



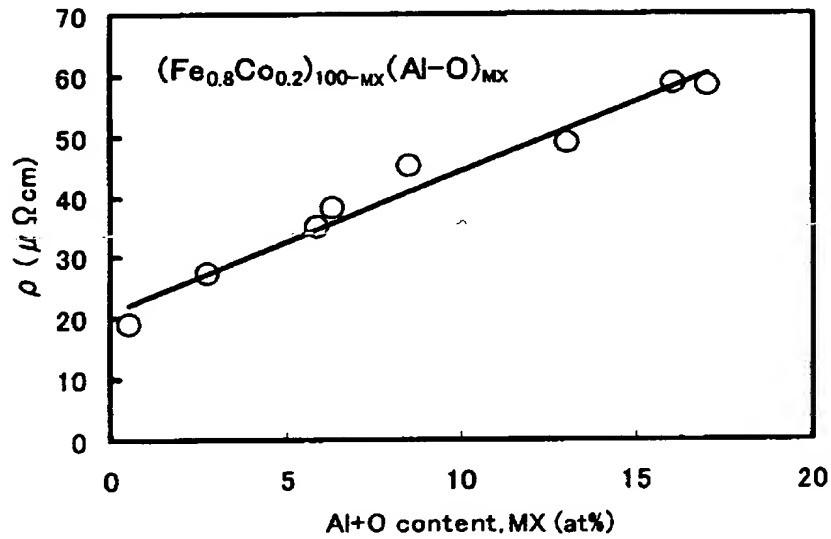
【図 2】

実施例の軟磁性膜における飽和磁束密度  $B_s$  と  
(Al+O) 含有量  $MX$  との関係について示した図



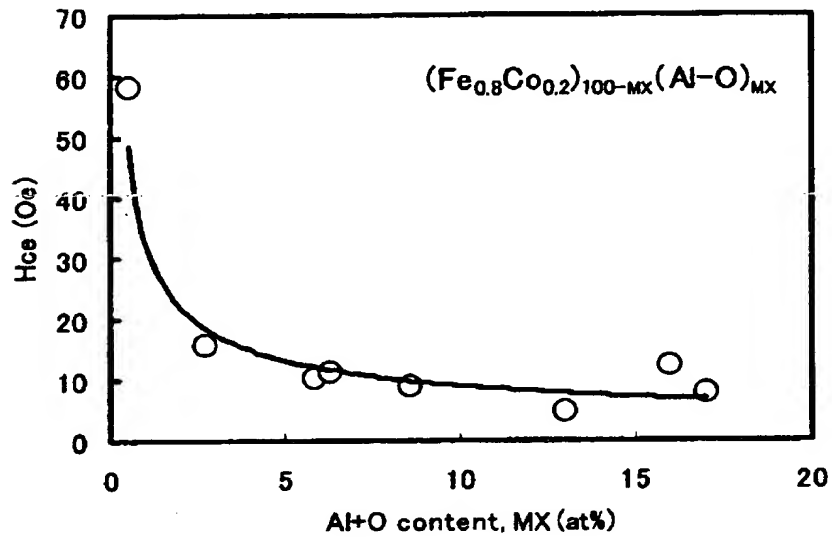
【図 3】

実施例の軟磁性膜における比抵抗  $\rho$  と (Al+O) 含有量 MX との関係について示した図



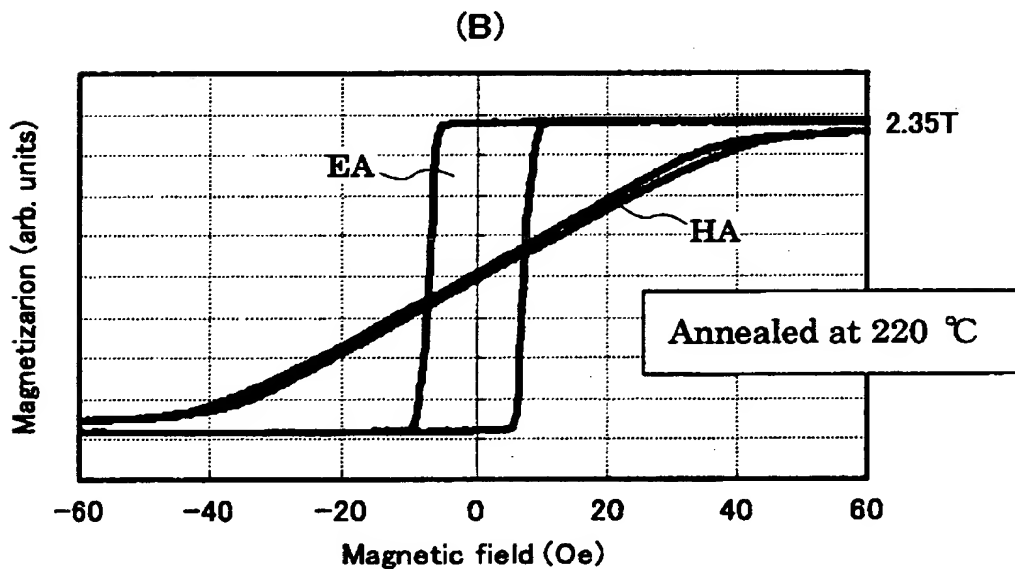
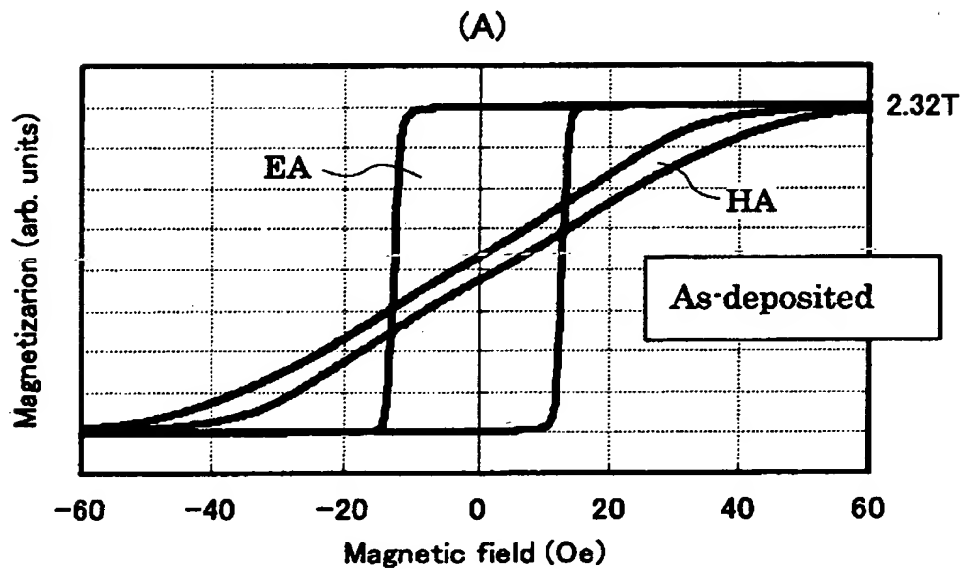
【図 4】

実施例の磁性膜について磁化容易軸方向で測定した保磁力  $H_{ce}$  と、 $(Al+O)$  含有量  $MX$  との関係を示した図



【図 5】

成膜した直後及び熱処理した後の軟磁性層について、  
磁化困難軸方向と磁化容易軸方向で測定された  
磁化曲線を示す図



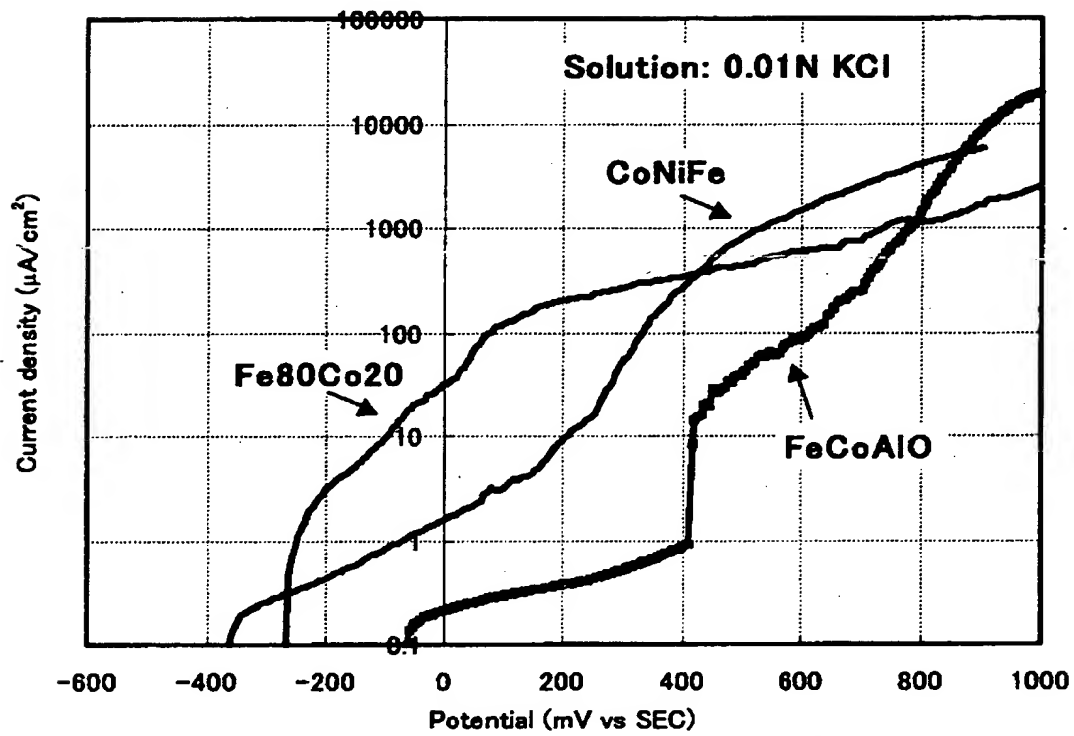
【図 6】

軟磁性膜を単層とした場合と、軟磁性膜を含む積層膜とした場合について、磁化容易軸方向での保磁力  $H_{ce}$  を比較して示した図

	Film structure	$H_{ce}$ (Oe)
①	(Fe77.7Co19.5Al0.6O2.2) 0.5 $\mu$ m	15
②	"	7
③	(Fe77.7Co19.5Al0.6O2.2) 0.5 $\mu$ m / (Ni50Fe50) 1.6 $\mu$ m	4
	"	2
④	(Ni50Fe50) 3nm / (Fe77.7Co19.5Al0.6O2.2) 0.5 $\mu$ m	10
⑤	(Ni80Fe20) 3nm / (Fe77.7Co19.5Al0.6O2.2) 0.5 $\mu$ m	8
⑥	(Ni80Fe20) 3nm / (Fe77.7Co19.5Al0.6O2.2) 0.5 $\mu$ m / (Ni50Fe50) 1.6 $\mu$ m	1

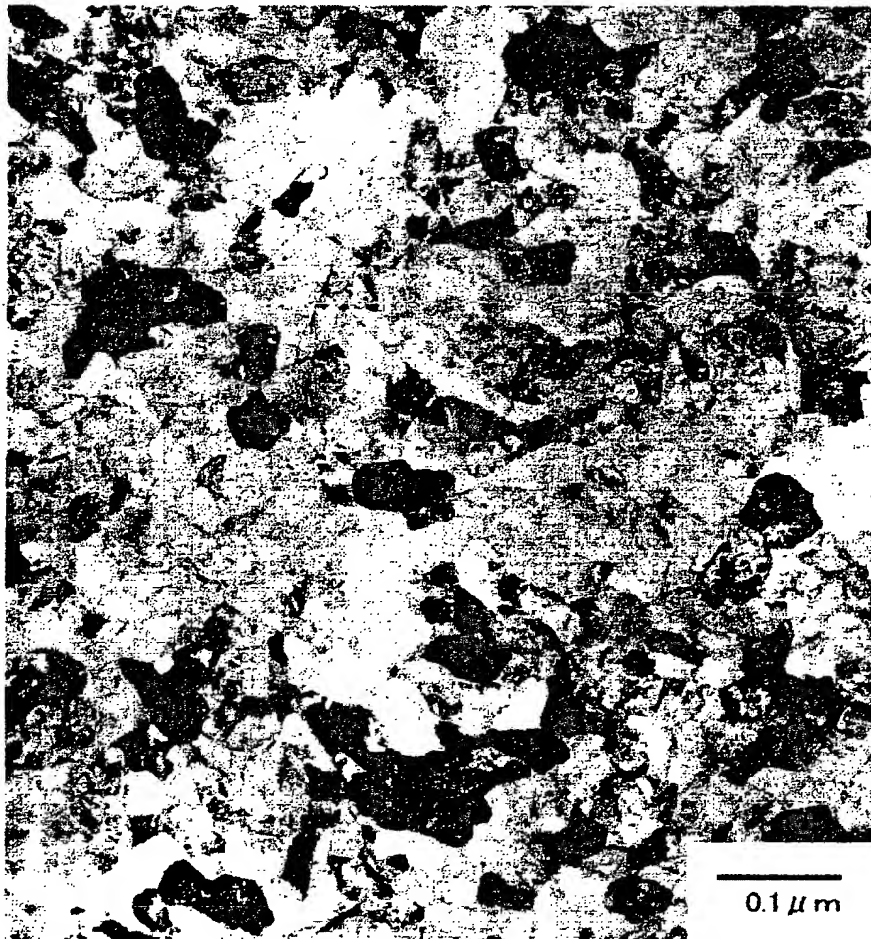
【図 7】

軟磁性膜の耐腐蝕性について示した図



【図 8】

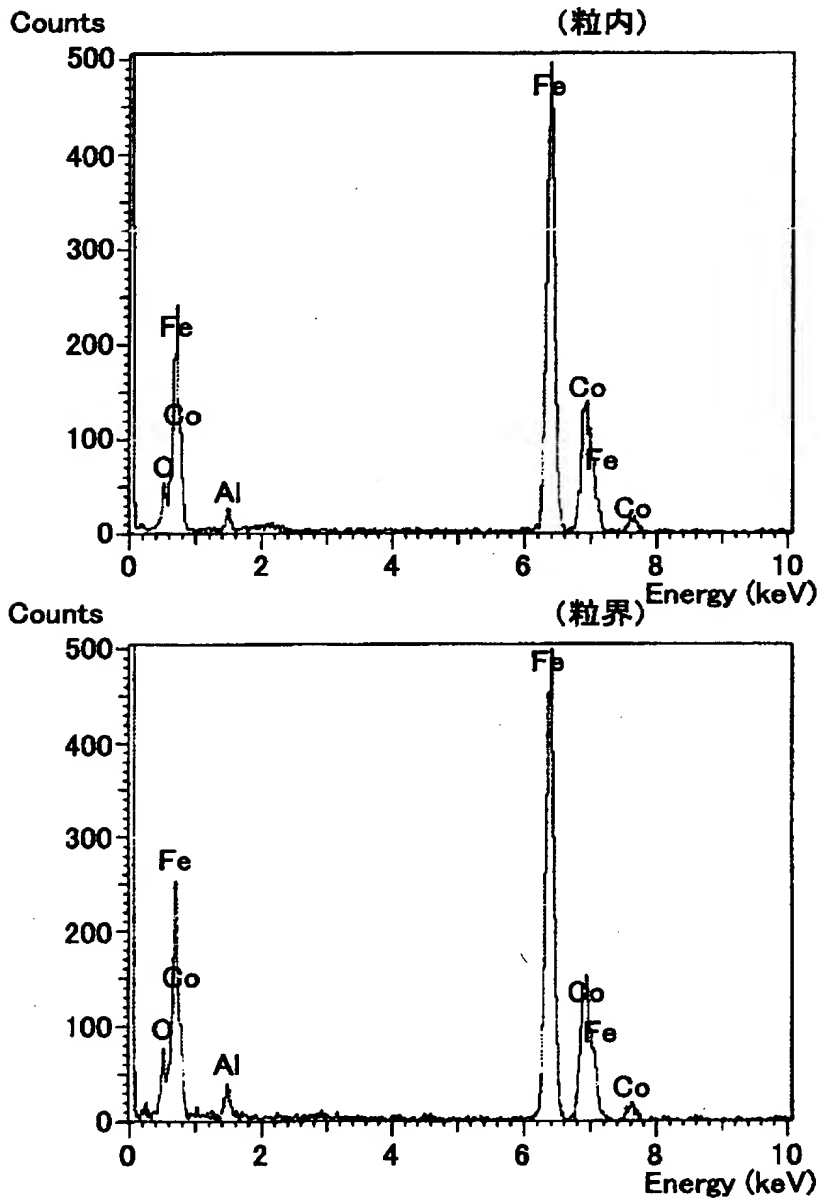
軟磁性膜のTEM像を示した図





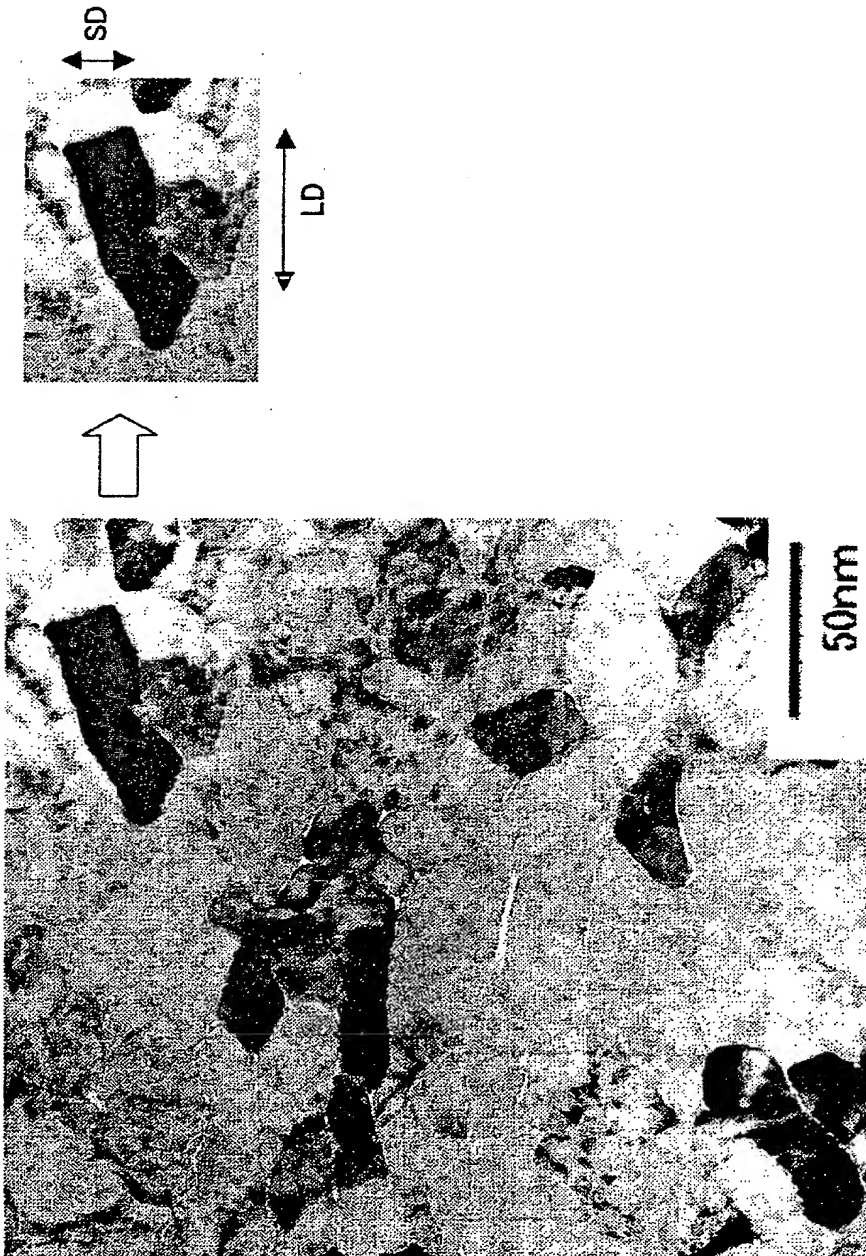
【図 9】

軟磁性膜の結晶相と粒界の組成をEDSにより測定した組成分析結果について示した図



【図 1 0】

磁場を印可せずに成膜した軟磁性膜を拡大した  
TEM像を示した図



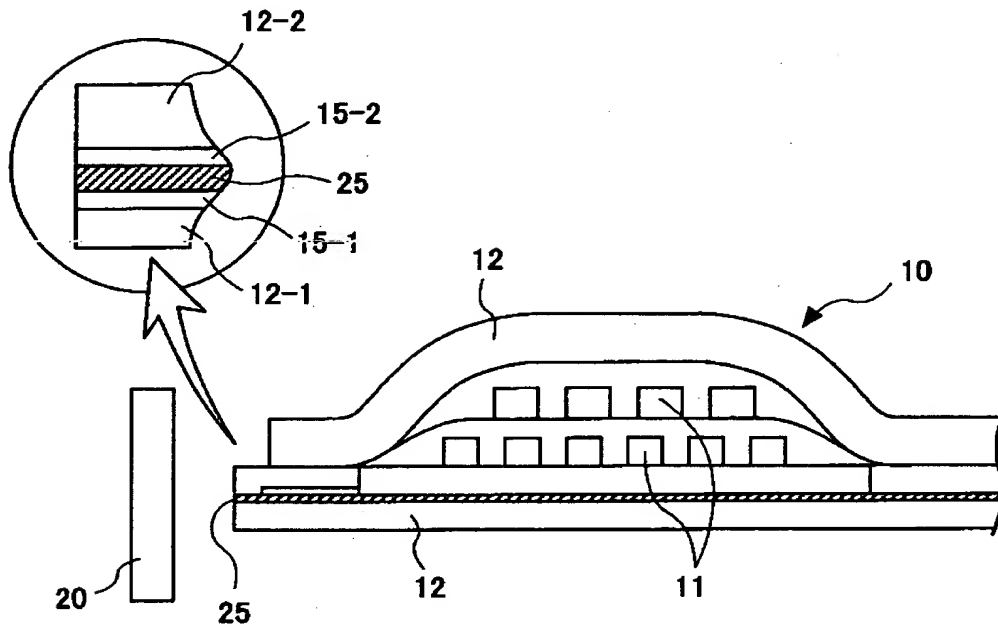
【図 1 1】

軟磁性膜の応力 $\sigma$ 及び異方性磁界 $H_k$ について示した図

Alloy composition (at%)			Sputtering pressure (Pa)	Residual stress $\sigma$ ( $10^9$ dyne/cm $^2$ )	H <sub>k</sub> (Oe)
Fe	Co	Al			
71.3	18.1	2.5	8.1	0.5	-5.2
71.8	18.1	2.3	7.8	0.7	-0.9

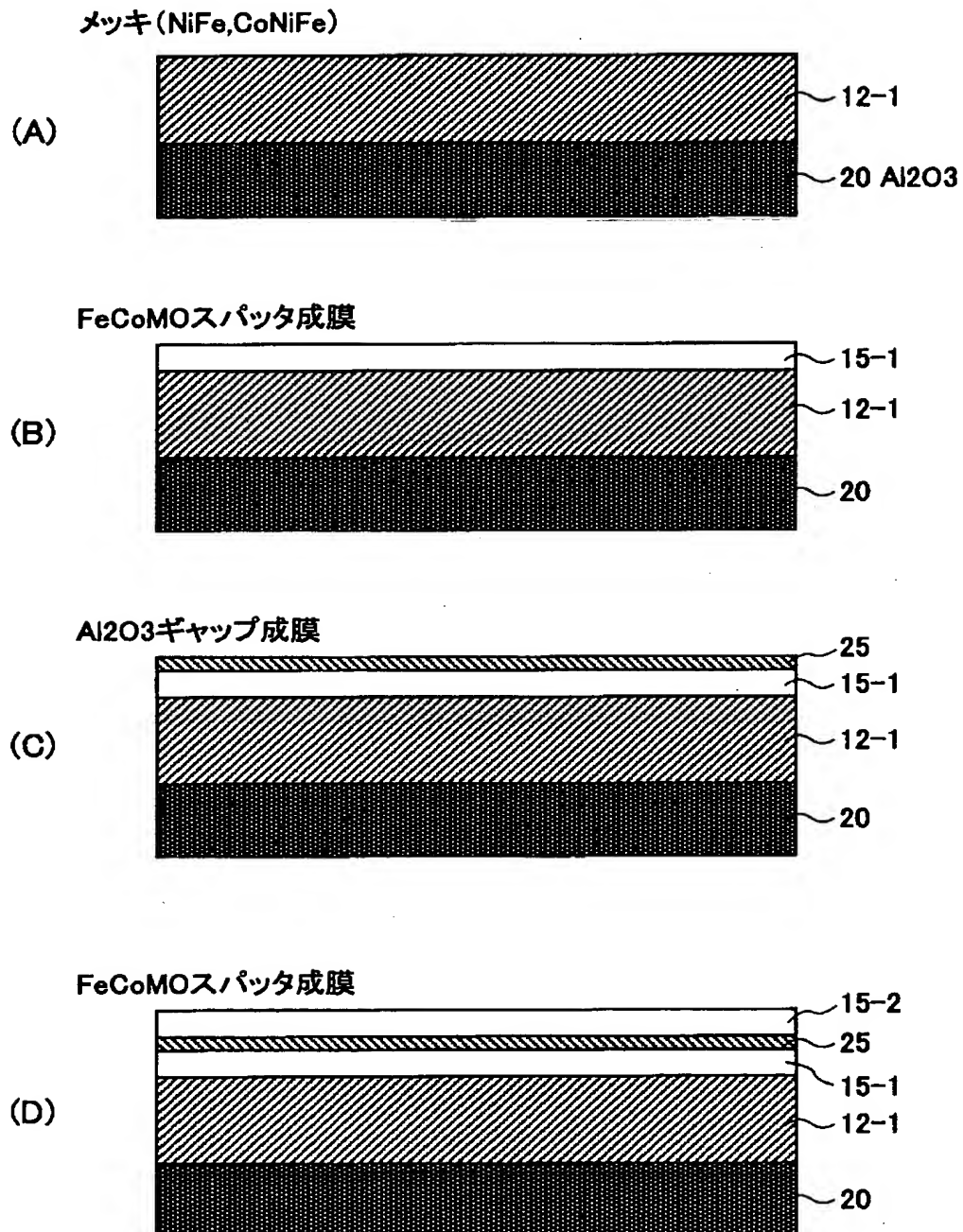
【図 1 2】

記録用のインダクティブヘッドの概要を示した図



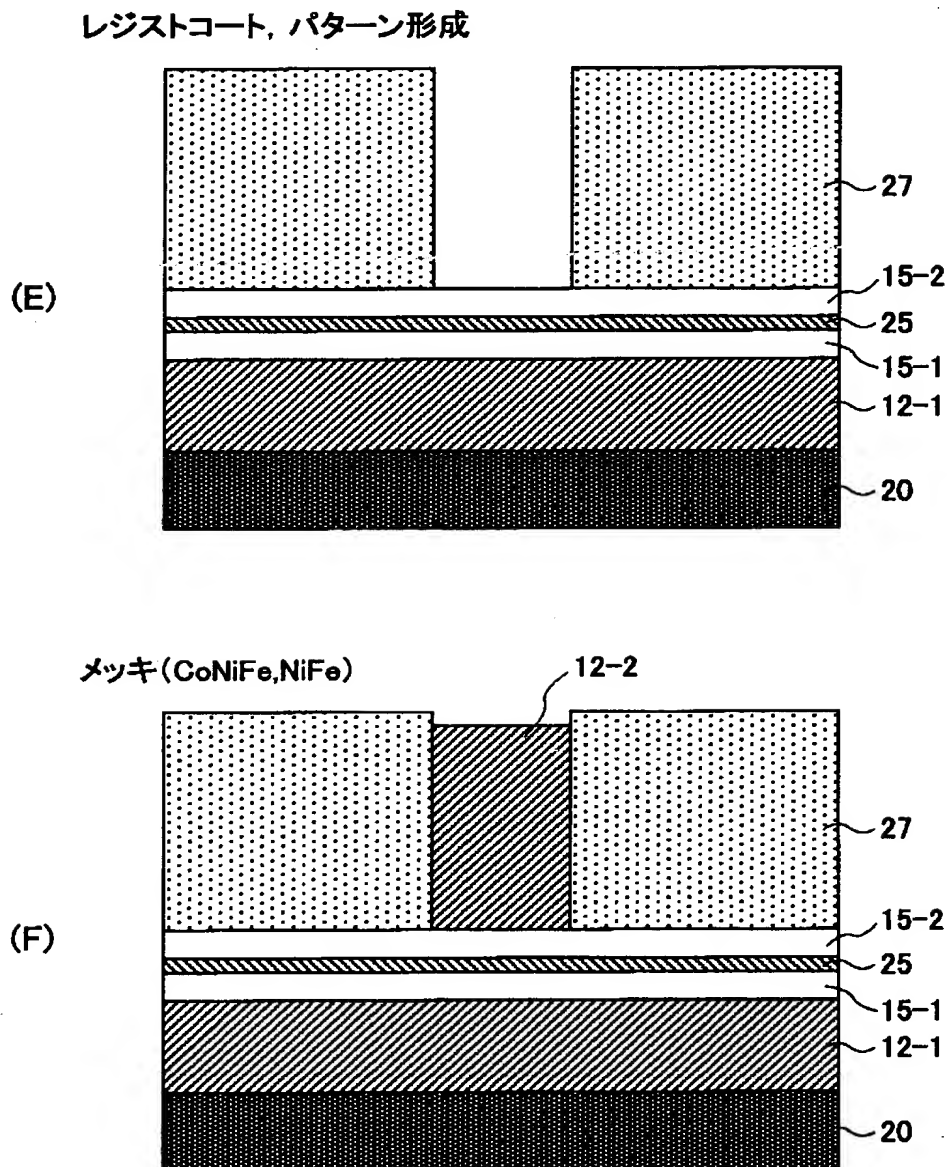
【図 13】

インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 1）



【図 1 4】

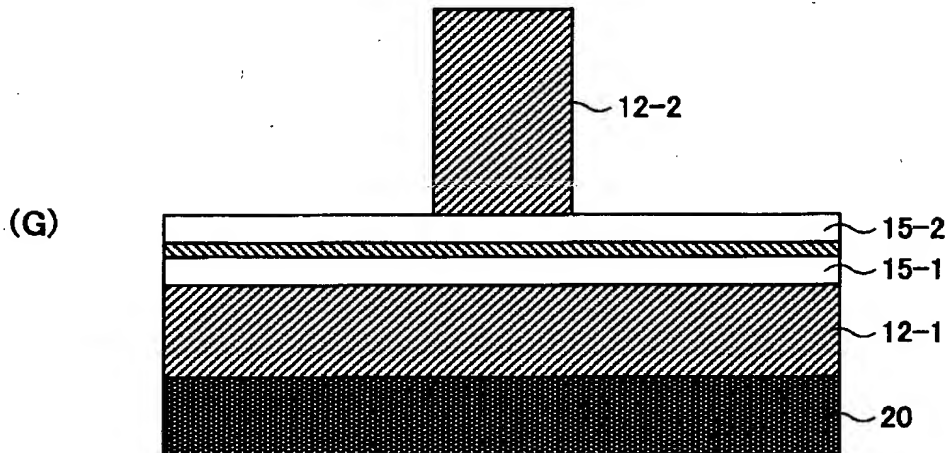
インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 2）



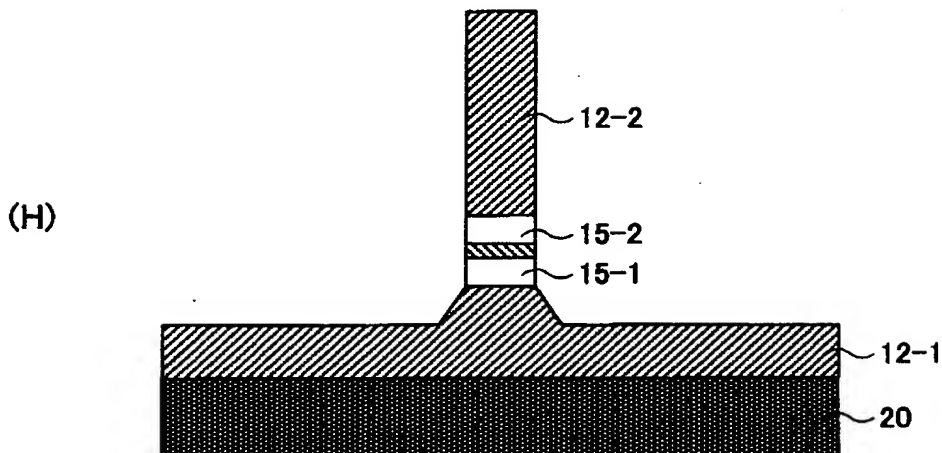
【図 1 5】

インダクティブヘッドの製造工程例について示した図（その 3）

レジスト除去



ドライエッチング、磁極先端部形成



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高い飽和磁束密度  $B_s$  を備え、かつ成膜直後或いは低い熱処理後の状態において好ましい軟磁気特性を示す軟磁性材料を提供する。

【解決手段】  $Fe$ 、 $Co$ 、金属元素  $M$  及び酸素  $O$  を含んで  $(Fe_{1-a}Co_a)_xM_yO_z$  の組成式を有し、金属元素  $M$  は、 $Al$ 、 $B$ 、 $Ga$ 、 $Si$ 、 $Ge$ 、 $Y$ 、 $Ti$ 、 $Zr$ 、 $Hf$ 、 $V$ 、 $Nb$ 、 $Ta$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $W$ 、 $Rh$ 、 $Ru$ 、 $Ni$ 、 $Pd$  及び  $Pt$  からなる群から選択された 1 つ又はこれらよりなる合金である。前記組成式は、 $a = 0.05 \sim 0.65$ 、 $y = 0.2 \sim 9 \text{ at } \%$ 、 $z = 1 \sim 12 \text{ at } \%$ 、 $y + z \leq 15 \text{ at } \%$ 、かつ  $x = (100 - y - z) \text{ at } \%$  を満たす。結晶組織は、結晶粒径  $50 \text{ nm}$  を越えない  $bcc$  相を主相として、該  $bcc$  相中に前記金属元素  $M$  と前記酸素  $O$  とが固溶している。

【選択図】 図 2



出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005223]

1. 変更年月日	1996年 3月26日
[変更理由]	住所変更
住 所	神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番1号
氏 名	富士通株式会社